

## **VISUALIZACIÓN DE MACLAS EN PARTÍCULAS DE SILICIO EN ALEACIONES DE ALUMINIO PARA MOLDEO**

Cozzarín, Ana L.; Davanzo, Juan A.; Echarri, Juan M.; González, Alfredo C.  
Laboratorio de Investigaciones de Metalurgia Física "Ing. Gregorio Cusminsky", LIMF  
Departamento de Mecánica, Facultad de Ingeniería. Calle 48 y 116, B1900TAG  
Email acozzarin@ing.unlp.edu.ar

Palabras claves: Aluminio, Silicio, Macclas, SEM

### **RESUMEN**

Desde hace un tiempo se viene estudiando la relación que presentan las fracturas de las aleaciones de aluminio para moldeo de baja ductilidad con distintas características, entre otras las propiedades mecánicas, el tamaño de las partículas de Si, el factor de forma de las mismas y la direccionalidad de las fracturas.

En este tipo de aleaciones el silicio adopta diferentes morfologías que están relacionados con las distintas condiciones de solidificación, la cantidad de Si y la modificación química o térmica del mismo.

Se ha comprobado que la modificación térmica de las partículas de Si en aleaciones de Al-Si, provoca un cambio en la trayectoria de las fracturas a través de las mismas, pasando de ser longitudinal a transversal a medida de que las partículas de Si disminuyen de tamaño.

Las maclas desarrolladas en las partículas de Si constituyen concentradores de tensiones, de efecto creciente con el tamaño de las mismas y serían dichas maclas en las aleaciones hipoeutécticas de Al-Si las que indican cual es el plano de fractura del Si cuando se carga el material en tracción.

En lo que respecta a la observación de las maclas se ha avanzado con la técnica de microscopía óptica en aleaciones sin modificación de las partículas de Silicio, pero resulta imposible visualizar con esta herramienta las partículas modificadas. Se ha verificado la teoría de Makhlof para partículas grandes (sin modificación), que indica que las maclas crecen en la dirección del eje longitudinal de la misma.

Actualmente se está trabajando con diferentes técnicas con microscopía electrónica de barrido para poder llegar a observar las maclas en partículas más pequeñas y de esta forma relacionar las mismas con el comportamiento que presentan las aleaciones estudiadas. Según la teoría del autor antes mencionado, en partículas modificadas el crecimiento de las maclas sería transversal a la longitud de la misma.

Este trabajo muestra el avance logrado en la técnica logrado visualizar maclas en las partículas de Silicio en muestras de aluminio con modificación térmica.

### **INTRODUCCIÓN**

En las aleaciones de aluminio – silicio para moldeo, este último adopta formas variadas que son función de las condiciones de solidificación, contenido de Si y modificación química o no del mismo.

En uno de los primeros artículos sobre la morfología del Si en las aleaciones de Al – Si se debe a Day y Hellawell [1], quienes ubican a las microestructuras obtenidas en un gráfico  $G$  ( $^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ ) – Gradiente de temperatura – y  $V$  ( $\mu\text{m}/\text{s}$ ) – Velocidad de avance del frente de solidificación. Este gráfico está dividido en regiones A, B, BC y C, en cada una de las cuales se ubican las pruebas que han dado características similares. En región C se encuentran la mayoría de microestructuras obtenidas en las prácticas habituales de

laboratorio e industriales siendo característico de ella el que las partículas presenten múltiples maclas en la dirección  $\langle 111 \rangle$ .

Las aleaciones estudiadas en este trabajo se ubican en la región C. Las condiciones prevalecientes en esta región promueven la formación de partículas de Si de dimensiones importantes y con mecanismos de crecimiento que se ligan no sólo a la historia térmica de la aleación sino también a la composición, es decir a la cantidad de silicio. Por otra parte, en estas aleaciones existe una práctica, la modificación del Si, que origina cambios profundos en la morfología de dicho elemento [2], [3]. La modificación del mismo puede ser química o térmica. La primera se logra por el agregado de determinados elementos químicos. Los más habituales son el Na y el Sr. Para lograr la modificación térmica del silicio se procede a un enfriamiento rápido en la solidificación.

En trabajos anteriores [4], [5], [6] se ha publicado sobre distintos aspectos que hacen al comportamiento de las partículas de Silicio en aleaciones de aluminio para moldeo, tendiendo los estudios principalmente al modo de fisuración que presentan dichas aleaciones y a la característica del Silicio de presentar un crecimiento maclado. Se ha podido observar perfectamente en el microscopio óptico las maclas en el Silicio en partículas bastas producidas por un enfriamiento extremadamente lento (molde de arena), pero se han presentado dificultades al querer observar las mismas en partículas modificadas térmicamente, las cuales presentan un tamaño mucho menor que las anteriores.

Es objetivo del presente trabajo observar en el microscopio electrónico maclas de crecimiento del Silicio en partículas de menor tamaño para continuar con el estudio de la fisuración de las aleaciones Al – Si.

#### PARTE EXPERIMENTAL

Las experiencias realizadas en el Laboratorio se confeccionaron con la aleación de aluminio para moldeo A380. En la Tabla 1, se muestra la composición química de la aleación utilizada, conjuntamente con los valores típicos de dicha aleación. En la Figura 1, se muestra una micrografía típica de esta aleación sin modificar y sin ataque químico alguno. En ella se indican los cuatro constituyentes microestructurales fundamentales de este tipo de aleaciones. La matriz constituida de solución sólida de Al en la que aparecen distribuidas las siguientes fases Si, prácticamente, puro, el Fe formando la fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, y el cobre como Al<sub>2</sub>Cu.

Tabla 1: Composición química de la aleación utilizada y de la típica A380.

Aleación	Fe	Mg	Mn	Cu	Si	Ni	Sn	Zn
Utilizada	0.75	0.01	0.32	3.40	8.21	0.02	0.02	1.10
Típica	2	0.1	0.5	3-4	7.5-9.5	0.5	0.35	3

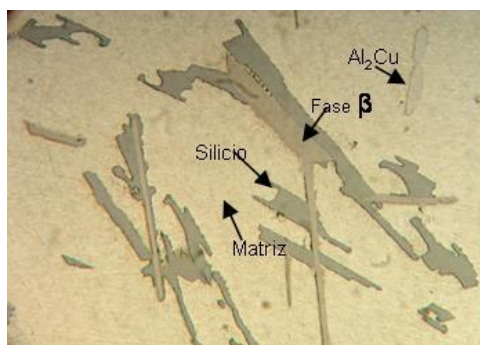


Figura 1: Probeta con pulido mecánico

Las muestras para observación metalográfica se prepararon mediante lijado y posterior pulido con pasta de diamante de  $6\ \mu\text{m}$  y terminadas con pasta de  $1\ \mu\text{m}$ . Las micrografías mostradas en la Figura 2 corresponden a dos velocidades de enfriamiento bien diferenciadas, la primera de ellas corresponde a una probeta obtenida en molde de cobre (enfriamiento rápido, izquierda) y la segunda corresponde a una probeta en molde de arena (enfriamiento extremadamente lento, derecha).

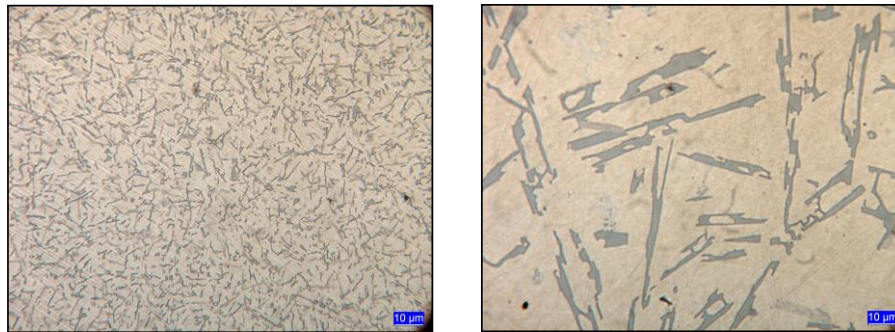


Figura 2: Microestructuras obtenidas, aumento 1500x. Izquierda: Velocidad de enfriamiento de  $164\ ^\circ\text{C/s}$ . Derecha: Velocidad de enfriamiento de  $0,4\ ^\circ\text{C/s}$ .

En trabajos anteriores se lograron observar maclas en partículas de Silicio de gran tamaño, pero no así en partículas modificadas térmicamente. Se realizaron algunos intentos en los microscopios electrónicos del CINDECA y del Museo de Ciencias Naturales de la UNLP pero sin llegar a resultados satisfactorios.

Para la visualización de las maclas en partículas de Silicio modificadas se utilizó uno de los reactivos propuestos por Atasoy et al. [7] dado que resultó ser el más efectivo a la hora de visualizar las maclas en el Silicio. El mismo contiene 1 (una) parte de Ácido Fluorhídrico,  $\text{HF}$ ; 1 (una) parte de Ácido Nítrico,  $\text{HNO}_3$  y 7 (siete) partes de Ácido Acético,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ . Luego del ataque las muestras se lavaron con alcohol y se secaron en aire caliente.

La forma de las placas de Silicio sin modificar exhibe cristales que puede crecer fácilmente sólo en la dirección  $\langle 112 \rangle$ , y cuando la estructura del cristal de silicio es tomada en cuenta, implica que las grandes caras planas del cristal son planos  $\{111\}$ . Una característica muy importante de la cristalización del silicio, es que se forman muy fácilmente planos maclados. Estos defectos cristalográficos, ocurren cuando grandes números de átomos cambian de posición uniformemente a través de un plano en la estructura del cristal, conocido como plano de macla. En el silicio, los planos maclados se forman a través de los planos  $\langle 111 \rangle$ , y esto tiene como efecto el producir continuamente un ángulo reentrante de  $141^\circ$  en la interfase sólido-líquido, como se muestra en la Figura 3. La cristalización del silicio toma lugar por la adición de átomos para formar escalones, los cuales se mueven a través de la interfase sólido-líquido. Cuando se coloca un modificador (por ejemplo el Sr), se provoca la interrupción del crecimiento del cristal de Si, dado que el Sr inhibe el progreso de la partícula.

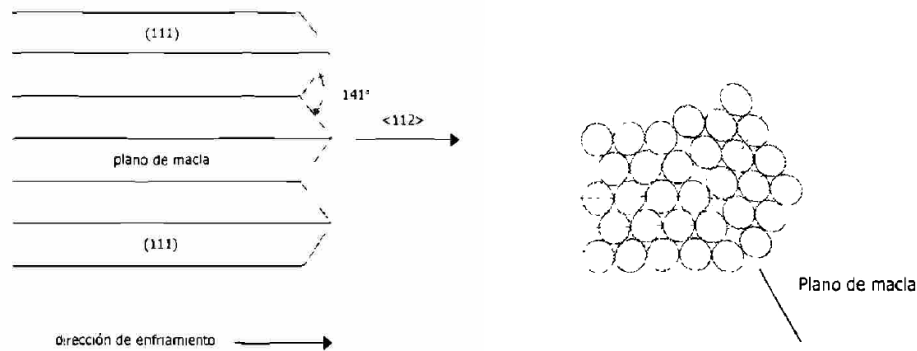


Figura 3: Izquierda: Representación esquemática de crecimiento del silicio acicular. Derecha: Plano de macla con ángulo de  $141^\circ$

Para la observación de las muestras estudiadas se empleó el microscopio electrónico de barrido, SEM, disponible en el Laboratorio de Investigaciones de Metalurgia Física (LIMF). Se utilizó la técnica de microscopía electrónica de barrido analítica (SEM, Scanning Electron Microscope). El SEM es uno de los instrumentos más versátiles para el análisis y caracterización de los rasgos microestructurales de aleaciones metálicas. Lo anterior se debe a su capacidad de resolución (entre 20 a 50 Å) y a la formación de imágenes topográficas de gran profundidad de foco en su modo de detección de electrones secundarios (SED, Secondary Electrons Detector). Otra herramienta útil para la distinción de fases y precipitados es el modo de detección de electrones retrodispersados (BSED, Back-scattered Electron Detector) siendo capaz de obtener imágenes con contraste según el número atómico (Z) promedio de la región estudiada. El SEM utilizado en el LIMF cuenta con capacidad analítica por rayos X (EDS, Energy Dispersive Spectrometer). De esta manera pudo obtenerse información topográfica, imágenes por contraste según Z y composicional de forma simultánea.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como se mencionó anteriormente, las muestras atacadas fueron observadas mediante la técnica de SEM obteniendo imágenes como las que se muestran a continuación. Se realizaron observaciones con muestras atacadas ni bien se preparó el reactivo y otras con ataques en los días posteriores a la confección del mismo, arrojando estas últimas resultados negativos.

En las micrografías de las Figuras 4 y 5, pueden observarse maclas de crecimiento en partículas de Silicio, las mismas son longitudinales al largo de la partícula. También puede notarse que la fase  $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$  se disuelve con el reactivo utilizado, quedando visibles solamente el Silicio y la fase  $\text{Al}_2\text{Cu}$ . En la Figura 4 se utilizaron 2500 y 2600 aumentos, mientras que en la Figura 5 fue de 3000 aumentos la magnificación utilizada. Todas estas imágenes fueron obtenidas de muestras modificadas térmicamente, obteniendo en la colada una velocidad de enfriamiento de  $18^\circ\text{C/s}$ .

Cuando se observan zonas o sitios angulosos en el microscopio electrónico, se produce el denominado efecto de borde. El fenómeno se basa en la acumulación de carga en dichas zonas debido a la dificultad de los electrones para abandonar la región, observándose un brillo intenso que define claramente el borde.

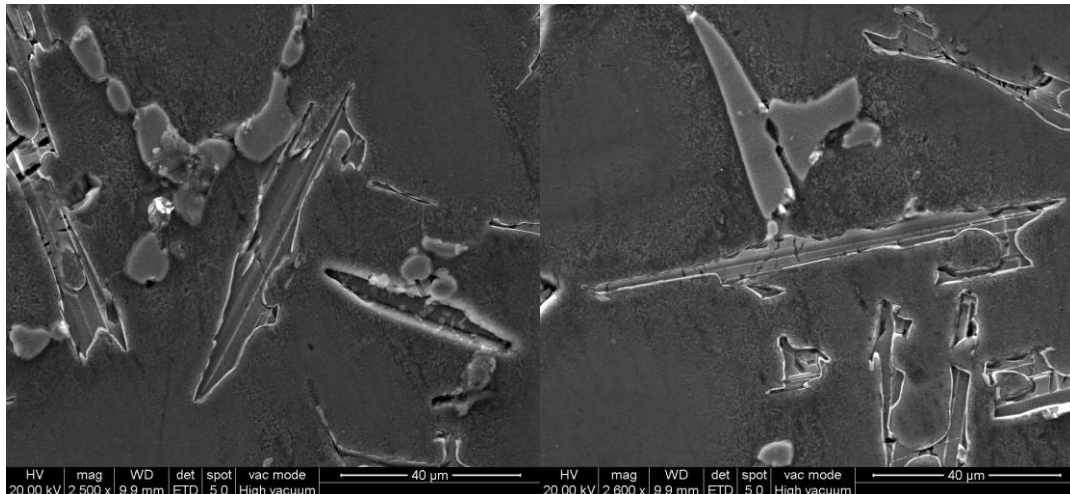


Figura 4: Partículas de Silicio en las que se observan maclas del crecimiento



Figura 5: Partícula de Silicio maclada

También se realizaron observaciones con rayos retrodispersados, siendo el resultado de las mismas negativo. Posteriormente se trabajó con muestras con mayores velocidades de enfriamiento ( $83\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ ). En estas muestras el tamaño de las partículas de Si es menor. En la Figura 6, se muestra una partícula de Si maclada y un análisis por EDS para confirmar que dicha partícula es Silicio. El aumento utilizado en este caso fue de 50000 magnificaciones.

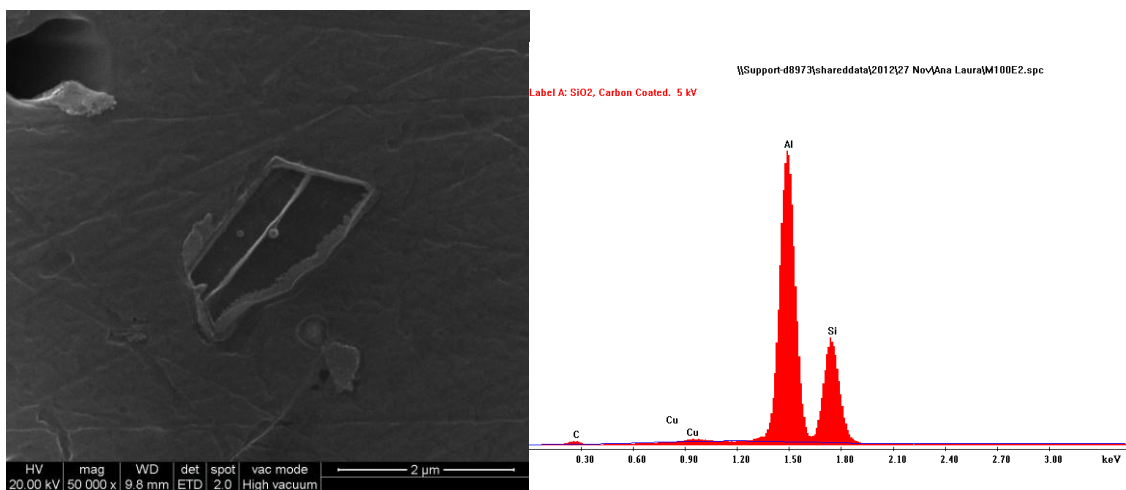


Figura 6: Partícula de Silicio maclada y EDS de dicha partícula



## CONCLUSIONES

A través del trabajo experimental desarrollado se establece que en el microscopio electrónico pueden visualizarse las maclas de crecimiento del Silicio. El ataque químico debe realizarse inmediatamente cuando se prepara el reactivo ya que el mismo se degrada rápidamente y no es posible revelar las maclas si se atacan las mismas pasadas las 24 horas desde la preparación del químico utilizado.

Se han llegado a observar maclas en partículas de Silicio de aproximadamente 2  $\mu\text{m}$  de largo y para asegurar que la partícula estudiada es dicho elemento se realizaron análisis a través del EDS dando los mismos resultados satisfactorios.

## BIBLIOGRAFIA

1. M. G. Day y A. Hellawell, 1968, The microestructure and crystallography of aluminium – silicon eutectic alloy. Proc. Roy. Soc. A. 305, pp 473-491.
2. M. M. Makhlof, H.V. Guthy, 2001, The aluminium – silicon eutectic reaction: mechanisms and crystallography. Journal of Light Metals 1, pp 199-218.
3. R.E. Napolitano, H. Meco, C.Jung. 2004, JOM, 2004, pp 16 – 21.
4. A. L. Cozzarín, R. Grammatico, D. Tovio, J. Cuyás, 2008, El maclado en partículas de Silicio y sus efectos en las propiedades mecánicas de las aleaciones Al – Si para moldeo. V Congreso Bolivariano de Ingeniería Mecánica – II Congreso Binacional de Ingeniería Mecánica, Cúcuta -Colombia
5. Cozzarín, Ana L.; Tovio, Daniel O.; Cuyás, Julio C.; González, Alfredo C., 2011, Relación entre el tamaño y el modo de fractura de las partículas de Silicio en aleaciones para moldeo Al-Si. Primeras Jornadas de Investigación y Transferencia de la Facultad de Ingeniería, UNLP, pag. 391 – 398.
6. Lacoste, Juan; Bosco, Cristián; Cozzarín, Ana Laura, 2009, Efecto del Factor de Forma en el Cambio de dirección de propagación de la fisura en aleaciones de aluminio para moldeo A380. Jornada de Jóvenes Investigadores, Grupo Montevideo, Concordia, Entre Ríos.
7. O. A. Atasoy, F. Yilmaz , R. Elliott, 1984, Journal of Crystal Growth 66), pp 137 – 146
8. J. Yeh y W. Liu, 1996, The cracking mechanism of Silicon particules in an A357 Aluminum alloys. Metallurgical and Materials Transactions A. Volume 27 A, Canada, pp 4832 – 4833.
9. M. Samuel y F. H. Samuel, 1995, Effect of metal treatment, solidification conditions and porosity level on the tensile properties of 319.2 endchill aluminium casting, J. Mater. Sci. 30, pp 4823 – 4833.
10. J.P. Choi, K.B. Kim y E.P. Yoon, 2004, Effect of electromagnetic force on the silicon size in hypereutectic Al – Si alloy. Materials Science Forum Vols. 449 – 452, pp. 157 – 160.
11. A. Kelly and G. J. Davies, 1965, "The Principles of the Fibre Reinforcement of Metals" . Metallurgical Rev., 10
12. C. H. Cáceres y B. I. Selling, Mater. Sci. Eng. A220 (1996), pp 109-116.
13. J. C. Cuyás, G. W. Mugica, D. O. Tovio y A. C. González, Proc. SAM 2000 y IV Coloquio Latinoamericano de Fractura y Fatiga, Vol 1, Neuquén, Argentina, 2000, pp 191-198
14. E. Pan, C. S. Lin, y C. R. Loper, 1990, Effects of solidification parameters on the feeding efficiency of A356 Aluminium Alloy AFS Trans, pp 735-746
15. J.S. Stroh, 1954, The formation of cracks as a result of plastic flow. Proc. Roy. Soc. (Londres) Vol. 223, pag. 404 – 414.